SNI 06-2510-1991

Standar Nasional Indonesia

# Metode pengujian kadar fosfat - organik dalam air dengan alat kromatograf gas

ICS 13.060.01

Badan Standardisasi Nasional BSN

## DAFTAR RUJUKAN

American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation,
1975 *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater.* $14^{th}$ edition, APHA, Washington D.C.

Departemen Pekerjaan Umum
1989 *Metode Pengambilan Contoh Uji Kualitas Air.* Nomor SK SNI-M-02-1989-F, Yayasan LPMB, Bandung.

# DAFTAR ISI

BAB I

# DESKRIPSI

## 1.1 Maksud dan Tujuan

### 1.1.1 Maksud

Metode pengujian ini dimaksudkan sebagai pegangan dalam pelaksanaan pengujian kadar pestisida fosfat-organik (Diazinon, Dimethoate, Fosfamidon dan Fenintrotion) dalam air.

### 1.1.2 Tujuan

Tujuan metode pengujian ini untuk memperoleh kadar pestisida fosfat organik dalam air.

## 1.2 Ruang Lingkup

Lingkup pengujian meliputi :

1) cara pengujian kadar pestisida fosfat-organik yang terdapat dalam air antara 0,1 - 10 ng/L;

2) penggunaan metode kromatografi gas dengan alat kromatograf gas yang dilengkapi dengan detektor fotometrik nyala (DFN) pada filter optik 526 nm;

3) suhu katup penyuntikan 210 °C, kolom 200 °C dan detektor 185 °C.

## 1.3 Pengertian

Beberapa pengertian yang berkaitan dengan metode pengujian ini :

1) kromatogram adalah suatu grafik yang menyatakan hubungan tinggi puncak baku dengan waktu retensi;

2) larutan induk adalah larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah ;

3) larutan baku adalah larutan yang mengandung kadar yang sudah diketahui secara pasti dan langsung digunakan sebagai pembanding dalam pengujian.

# BAB II

# CARA PELAKSANAAN

## 2.1 Peralatan dan Bahan Penunjang Uji

### 2.1.1 Peralatan

Peralatan yang digunakan terdiri atas :

1) kromatograf gas yang telah dikondisi atau dioptimisasikan pada saat digunakan dan dilengkapi dengan detektor yang sesuai untuk pengujian pestisida fosfat-organik;

2) penangas air yang dilengkapi dengan pengatur suhu;

3) corong pemisah 2000 mL terbuat dari gelas borosilikat;

4) gelas penguap Kuderna Danish 500 mL;

5) penyuntik mikro 1, 5, 10 dan 100 uL;

6) pipet mikro 1, 5, 10 dan 100 mL;

7) labu ukur 100 mL;

8) tabung mikro 2,5 mL.

### 2.1.2 Bahan Penunjang Uji

Bahan kimia yang berkualitas p.a dan bahan lain yang digunakan dalam pengujian ini terdiri atas:

1) pestisida fosfat-organik;

2) serbuk natrium sulfat bebas air, $Na_2SO_4$;

3) heksana, $C_6H_6$;

4) dietil eter, $C_2H_5OC_2H_5$;

5) etil asetat, $CH_3COOC_2H_5$;

6) kolom yang perlu disediakan meliputi :

(1) 11 % (berat/berat) OV-17 dan QF-1 pada kromosob Q, 80 - 100 mesh;

(2) 3,6 % (berat/berat) OV-101 dan 5,5 % OV-210 pada kromosob W,80-100 mesh.

7) gas yang perlu disediakan:

(1) nitrogen;

(2) hidrogen;

(3) oksigen;

(4) udara

2.2 Persiapan Benda Uji

Siapkan benda uji dengan tahapan sebagai berikut:

1) sediakan contoh uji yang telah diambil sesuai Metode Pengambilan Contoh Uji Kualitas Air, SK SNI M -02-1989-F;

2) ukur 1000 mL contoh uji secara duplo dan masukkan ke dalam corong pemisah 2000 mL;

3) tambahkan 25-50 mL dietil eter-heksana dan 100 g $Na_2SO_4$;

4) ekstraksi larutan selama 2 menit, biarkan terpisah dan pisahkan bagian dietil heksana;

5) lewatkan bagian dietil eter melalui kolom berdiameter luar 2 cm dengan ketinggian 8 sampai 10 cm yang berisi serbuk $Na_2SO_4$ dan tampung ke dalam labu penguap Kuderna-Danish;

6) ulangi ekstraksi larutan dengan menambahkan 50 mL dietil eter-heksana ke dalam contoh uji baru atau dari tahap 4) selama 2 menit dan pisahkan bagian dietil eter-heksan serta satukan ke dalam labu penguap Kurdena-Danish 5);

7) uapkan pelarut dietileter heksana di atas penangas air pada suhu 60 - 80° C sehingga volumenya ± 1 mL;

8) masukkan contoh uji ke dalam tabung mikro dan tepatkan volumenya menjadi 1,0 mL dengan penambahan pelarut dietil eter-heksana;

9) benda uji siap diuji.

2.3 Persiapan Pengujian

2.3.1 Pembuatan Larutan Induk Pestisida

Buat larutan induk pestisida fosfat-organik 1000 mg/L dengan tahapan sebagai berikut :

1) larutkan 100 mg pestisida dengan 10 mL etil asetat di dalam labu ukur 100 mL;

2) tambahkan etil asetat sampai tepat pada tanda tera.

2.3.2 Pembuatan Larutan Baku Pestisida

Buat larutan baku pestisida 1,0 ng/uL dengan tahapan sebagai berikut :

1) pipet 100 uL larutan induk pestisida dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;

2) tambahkan heksana sampai tepat pada tanda tera;

3) pipet 1 mL larutan baku tersebut dan masukkan ke dalam tabung mikro.

2.3.3 Pembuatan Kromatogram Larutan Baku

Buat kromatogram larutan baku dengan tahapan sebagai berikut :

1) suntikkan 1 uL larutan baku ke dalam alat kromatograf gas melalui katup penyuntikan;

2) hitung tinggi puncak kromatogramnya.

2.4 Cara Uji

Uji kadar pestisida dengan tahapan sebagai berikut:

1) suntikkan 1 uL benda uji ke dalam alat kromatograf gas melalui katup penyuntikan ;

2) Hitung tinggi puncak.

## 2.5 Perhitungan

Hitung kadar pestisida di dalam benda uji dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$ug/L = \frac{A \times B \times C \times D}{E \times F \times G}$$

dengan penjelasan :

A = larutan baku pestisida ( ng )
B = tinggi puncak benda uji ( mm )
C = volume akhir ekstrak ( uL )
D = faktor pengenceran
E = tinggi puncak larutan baku ( mm )
F = volume ekstrak yang disuntikkan ( uL )
G = volume contoh uji yang diekstrak ( mL )

## 2.6 Laporan

Catat pada formulir kerja hal-hal sebagai berikut :

1) parameter yang diperiksa;

2) nama pemeriksa;

3) tanggal pemeriksaan;

4) nomor laboratorium;

5) data kromatogram larutan baku;

6) nomor contoh uji ;

7) lokasi pengambilan contoh uji;

8) waktu pengambilan contoh uji;

9) data kromatogram contoh uji pertama dan kedua;

10) kadar dalam benda uji.

## LAMPIRAN A

## DAFTAR NAMA DAN LEMBAGA

1) Pemrakarsa

Pusat Litbang Pengairan, Badan Litbang Pekerjaan Umum

2) Penyusun

| N A M A | L E M B A G A |
|---|---|
| Drs. Ibrahim Sumanta | Pusat Litbang Pengairan |
| Ir. Badruddin Mahbub, Dip. S.E. | Pusat Litbang Pengairan |
| Ir. Nana Terangna, Dip. E.S.T. | Pusat Litbang Pengairan |
| Ir. Carlina Soetjiono, Dip. H.E. | Pusat Litbang Pengairan |
| Drs. Firdaus Achmad, Dip. C.E.S. | Pusat Litbang Pengairan |
| Dra. Armaita Sutriati | Pusat Litbang Pengairan |
| Moelyadi Moelyo, Dipl. Kim. | Pusat Litbang Pengairan |
| Santun Siregar, B.Sc. | Pusat Litbang Pengairan |
| Rt. Oyoh Supariah, B.Sc. | Pusat Litbang Pengairan |

3) Susunan Panitia Tetap SKBI

| JABATAN | EX-OFFICIO | N A M A |
|---|---|---|
| Ketua | Kepala Badan Litbang PU | Ir. Suryatin Sastromijoyo |
| Sekretaris | Sekretaris Badan Litbang PU | Dr. Ir. Bambang Soemitroadi |
| Anggota | Kepala Pusat Litbang Pengairan | Ir. Soelastri Djennoedin |
| Anggota | Kepala Pusat Litbang Jalan | Ir. Soedarmanto Darmonegoro |
| Anggota | Kepala Pusat Litbang Pemukiman | Ir. Sahat Mulia Ritonga |
| Anggota | Sekretaris Ditjen Air | Ir. Mamad Ismail |
| Anggota | Sekretaris Ditjen Bina Marga | Ir. Satrio |
| Anggota | Sekretaris Ditjen Cipta Karya | Ir. Soeratmo Notodipoero |
| Anggota | Kepala Biro Bina Sarana Perusahaan | Ir. Nuzwar Nurdin |
| Anggota | Kepala Biro Hukum | Ali Muhammad, S.H. |

4) Susunan Panitia Kerja SKBI

| JABATAN | N A M A | L E M B A G A |
|---|---|---|
| Ketua | Ir. Mamad Ismail | Set Ditjen Pengairan |
| Wakil Ketua | Ir. Hartono Pramudo, Dip. H.E. | Direktorat Sungai |
| Sekretaris | Ir. Soelastri Djennoedin | Pusat Litbang Pengairan |
| Anggota | Ir. Supardijono | Pusat Litbang Pengairan |
| Anggota | Ir. Carlina Soetjiono, Dip. H.E. | Pusat Litbang Pengairan |
| Anggota | Ir. Badruddin Mahbub, Dip. S.E. | Pusat Litbang Pengairan |
| Anggota | Ir. Nana Terangna, Dip. E.S.T. | Pusat Litbang Pengairan |
| Anggota | Ir. Ratna Hidayat | Pusat Litbang Pengairan |
| Anggota | Ir. Lia Taufik | Pusat Litbang Pemukiman |
| Anggota | Ir. W. Askinin Bamayi, M.Eng. | Dit. PLP. Ditjen Cipta Karya |
| Anggota | Drs. Tatang Priatna | Kanwil PU Propinsi Jawa Barat |
| Anggota | Ir. Sri Hudyastuti | Kantor Menteri KLH |
| Anggota | Ir. Henggar Hardiani | Balai Besar Selulosa |
| Anggota | Dr. Mustikahardi, M.Sc. | Institut Teknologi Bandung |
| Anggota | Ir. Inneke ~~Setiabudiwati~~ | PT. Indah Karya |
| Anggota | Ir. Sri Sudarsih | Perusahaan Daerah Air Minum, Jakarta |
| Anggota | Ir. Nurlaila Soedomo | INKINDO Jawa Barat |
| Anggota | Ir. Peter E. Hehanusa, M.Sc. | Asosiasi Sumberdaya Air Indonesia |

5) Peserta Konsensus

| N A M A | L E M B A G A |
|---|---|
| Ir. Soelastri Djennoedin | Pusat Litbang Pengairan |
| Ir. Supardijono | Pusat Litbang Pengairan |
| Ir. Carlina Soetjiono, Dip.H.E. | Pusat Litbang Pengairan |
| Ir. Ratna Hidayat | Pusat Litbang Pengairan |
| Drs. Tatang Priatna | Kanwil PU. Prop. Jawa-Barat |
| Dra. Mery Olovan Pasaribu | PDAM DKI Jakarta Raya |
| Ir. Ineke Setiabudiwati | PT. Indah Karya |
| Dr. Mustikahardi, M.Sc. | Institut Teknologi Bandung |

| N A M A | L E M B A G A |
|---|---|
| Dr. Ir. Kalimardin Algamar | Institut Teknologi Bandung |
| Ir. Henggar Hardiani | Balai Besar Selulosa |
| Ir. W. Askinin Bamayi, M.Eng. | Dit. PLP Ditjen Cipta Karya |
| Ir. Peter E. Hehanusa, M.Sc. | Asosiasi Sumberdaya Air Indonesia |
| Ir. Lia M.S. | Pusat Litbang Pemukiman |
| Drs. Tontowi, M.Sc. | Pusat Litbang Pengairan |
| Drs. Firdaus Achmad | Pusat Litbang Pengairan |
| Dra. Armaita Sutriati | Pusat Litbang Pengairan |
| Rt. Oyoh Supariah, B.Sc. | Pusat Litbang Pengairan |
| Jursal, B.Sc. | Pusat Litbang Pengairan |
| Sukmawati Rahayu, B.Sc. | Pusat Litbang Pengairan |
| Santun Siregar, B.Sc. | Pusat Litbang Pengairan |
| Moelyadi Moelyo, Dip. Teks. | Pusat Litbang Pengairan |
| Kuslan, B.Sc. | Pusat Litbang Pengairan |
| Ir. Sarwan | Pusat Litbang Pengairan |
| Epep Kosima, B.E. | Pusat Litbang Pengairan |
| Edi Sugianto, B.E. | Pusat Litbang Pengairan |

6. Peserta Pemutakhiran Konsep

| N A M A | L E M B A G A |
|---|---|
| Ir. Suryatin Sastromijoyo | Badan Litbang PU |
| Dr. Ir. Bambang Soemitroadi | Set Badan Litbang PU |
| Ir. Soelastri Djennoedin | Pusat Litbang Pengairan |
| Ir. Sahat Mulia Ritonga | Pusat Litbang Pemukiman |
| Drs. Eddy Sumardi | Pusat Litbang Jalan |
| Purwanto, S.H. | Ditjen Cipta Karya |
| Achwar Zein | Biro Bina Sarana Perusahaan |
| Djoko Sulistyo, S.H. | Biro Hukum |
| Drs. Muhd. Muhtadi | Set Badan Litbang PU |
| Bambang Utoyo, S.H. | Pusat Litbang Pemukiman |
| Ir. Nasroen Rivai | Pusat Litbang Pemukiman |
| Ir. Supardijono | Pusat Litbang Pengairan |
| Ir. Carlina Soetjiono, Dip.H.E. | Pusat Litbang Pengairan |
| Ir. Nana Terangna, Dip. E.S.T. | Pusat Litbang Pengairan |
| Ir. Ratna Hidayat | Pusat Litbang Pengairan |
| Drs. Tontowi, M.Sc | Pusat Litbang Pengairan |
| Sukmawati Rahayu, B.Sc. | Pusat Litbang Pengairan |
| Ir. Boetje Sinay | Set Badan Litbang PU |
| Ir. Lolly Martina | Set Badan Litbang PU |
| Budiono | Set Badan Litbang PU |

LAMPIRAN B

## DAFTAR ISTILAH

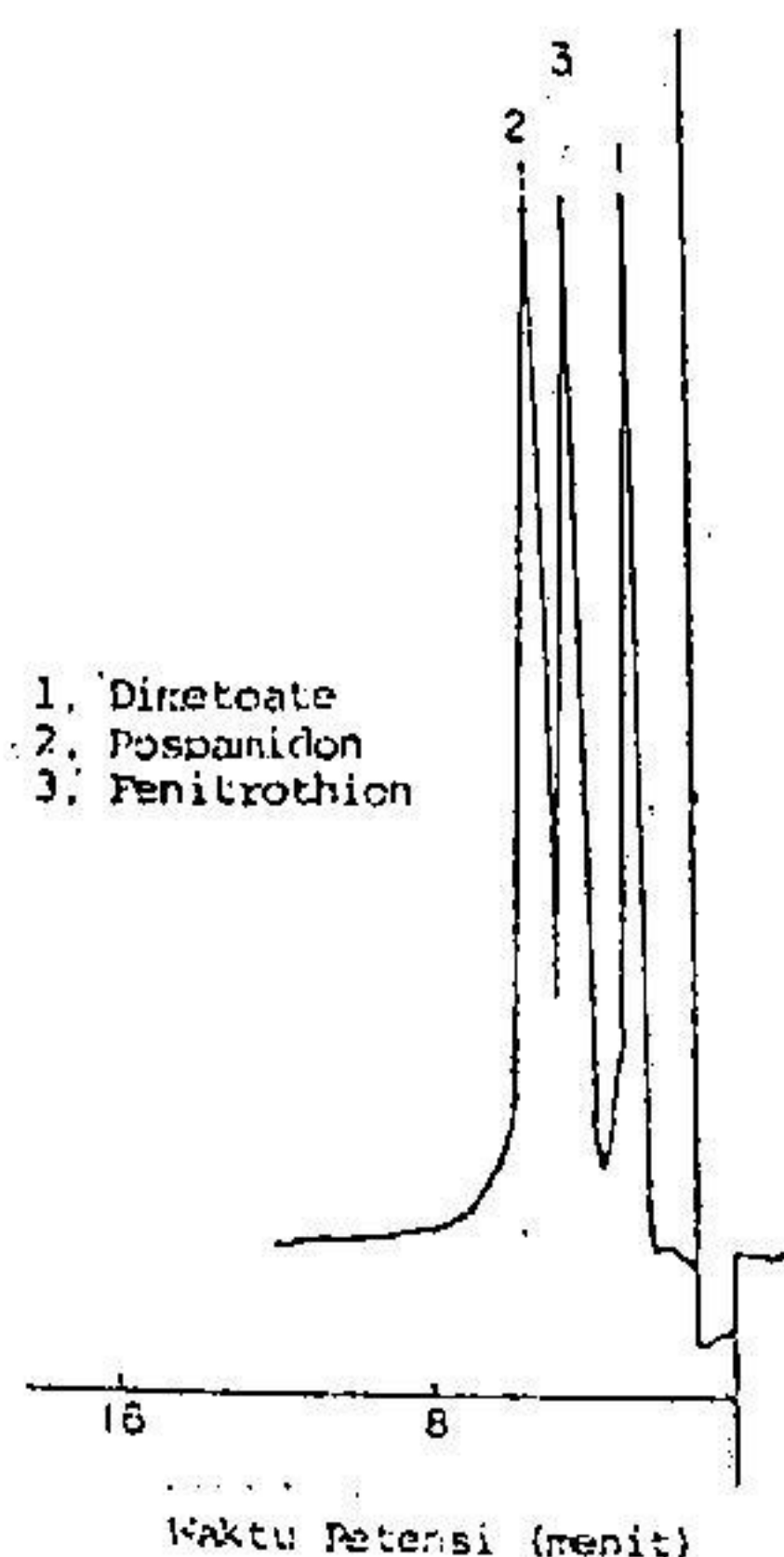
| | |
|---|---|
| larutan induk | : *stock solution* |
| larutan baku | : *standard solution* |
| p.a | : *pro analysis* |
| pereaksi | : *reagent* |
| Detektor Fotometrik Nyala (DFN) | : *Flame Photometric Detector (FPD)* |
| katup penyuntik | : *injection port* |
| pengatur suhu | : *thermostat* |
| penyuntik mikro | : *micro syringe* |
| tabung mikro | : *vial* |

# LAMPIRAN C

## LAIN-LAIN

## CONTOH FORMULIR KERJA

Parameter yang diperiksa : Pestisida fosfat organik
Nama pemeriksa : Deddy Sugiarto
Tanggal pemeriksaan : 19 April 1990
Nomor Laboratorium : PKA/1990/20

Pembacaan tinggi puncak larutan baku
Kadar larutan baku pestisida = 1 ng
Pembacaan tinggi puncak larutan baku 1 = 5,2 mm
Pembacaan tinggi puncak larutan baku 2 = 5,3 mm
Pembacaan tinggi puncak larutan baku rata-rata = 5,25 mm

Tabel Hasil Uji Kadar pestisida Fosfor organik

| No. Contoh | Lokasi Pengambilan Contoh | Waktu Pengambilan Contoh | | | | Tinggi puncak | | Kadar (ug/L pestisida) | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | Jam | Tgl | Bulan | Tahun | 1 | 2 | 1 | 2 | Rata-rata |
| 1. | S.Cidanau-Peusar | 09.30 | 16 | 04 | 1989 | 4,3 | 4,4 | 0,082 | 0,096 | 0,089 |
| 2. | S.Cidanau-Sd.Laya | 11.00 | 17 | 04 | 1989 | 2,6 | 2,5 | 0,053 | 0,049 | 0,051 |
| 3. | | | | | | | | | | |
| 4. | | | | | | | | | | |
| 5. | | | | | | | | | | |